УДК 621.791.35:546.87.06:006.354 Группа В59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ГОСТ 1429.5—77*

ПРИПОИ ОЛОВЯННО-СВИНЦОВЫЕ

Метод определения содержания висмута

Tin-lead solders.
Method for the determination of bismuth content

Взамен
ГОСТ 1429.5—69

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 11 апреля 1977 г. № 886 срок действия установлен с 01.01.78

Проверен в 1982 г. Постановлением Госстандарта от 21.01.83 № 327 срок действия продлен до 01.01.88

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотоколориметрический метод определения висмута в оловянно-свинцовых припоях (при содержании висмута от 0,002 до 0,20%).

Метод основан на разложении навески в смеси бромистоводородной кислоты и брома, удалении олова и сурьмы в виде бромидов, образовании комплексного соединения висмута с тиомочевиной и измерении оптической плотности полученного раствора.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 1429.0—77.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1 : 1.

Кислота бромистоводородная по ГОСТ 2062—77

Бром по ГОСТ 4109—79.

Смесь для растворения (смесь 1); готовят следующим образом: к 90 см³ бромистоводородной кислоты осторожно добавляют 10 см³ брома, перемешивают.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

★

* Переиздание март 1983 г. с Изменением № 1, утвержденным в январе 1983 г., Пост. № 324 от 21.01.83 (ИУС 5—1983 г.)

45г-95
40

gost.e-ecolog.ru

Кислота хлорная, 57%-ный раствор.

Кислота фосфорная (ортофосфорная кислота) по ГОСТ 6552—80.

Кислота борная по ГОСТ 9656—75, насыщенный раствор.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Смесь хлорной и фосфорной кислот (смесь II); готовят следующим образом: к 160 см³ фосфорной кислоты приливают 840 см³ хлорной кислоты, перемешивают.

Смесь борной и фтористоводородной кислот (смесь III); готовят следующим образом: к 45 см³ насыщенного раствора борной кислоты приливают 5 см³ фтористоводородной кислоты и разбавляют водой до объема 500 см³. Смесь хранят в полиэтиленовой посуде.

Тиомочевина по ГОСТ 6344—73, 8%-ный раствор; готовят следующим образом: 20 г тиомочевины растворяют в 150 см³ воды, переносят раствор в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят водой до метки, перемешивают. Раствор должен быть свежеприготовленным, при необходимости его фильтруют.

Висмут марки ВиО по ГОСТ 10928—75.

Стандартный раствор висмута; готовят следующим образом: 0,1 г висмута помещают в стакан вместимостью 100 см³ и растворяют в 30 см³ азотной кислоты, разбавленной 1 : 1, нагревают до удаления окислов азота, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доводят до метки водой, перемешивают. 1 см³ раствора содержит 0,0001 г висмута.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску припоя массой 0,5 г помещают в низкий стакан вместимостью 250 см³. Приливают 20 см³ смеси для растворения, закрывают стакан часовым стеклом, растворяют при умеренном нагревании. После растворения навески часовое стекло снимают и выпаривают раствор досуха, не доводя его до кипения. Как только содержимое стакана выпарится досуха, стакан сразу же убирают с плиты. Повторяют процесс выпаривания с 10 см³ смеси для растворения еще два раза.

Добавляют к сухому остатку 2 см³ концентрированной азотной кислоты и нагревают для разложения бромида свинца не допуская, чтобы содержимое стакана выпарилось досуха. Затем пипеткой добавляют 12 см³ смеси хлорной и фосфорной кислот (смесь II) и нагревают до появления густых белых паров хлорной кислоты*. Если раствор после выпаривания до паров хлорной кис-

* Начиная с добавления 12 см³ смеси хлорной и фосфорной кислот, анализ проводят с небольшой партией проб, так как прибавление реактивов и измерение оптической плотности должно выполняться без перерывов во времени (8—10 навесок).

лоты будет мутным, добавляют 5 мл смеси для растворения, выпаривают до паров хлорной кислоты, добавляют 1—2 капли концентрированной азотной кислоты и вновь выпаривают до густых белых паров.

Прозрачный раствор охлаждают до прекращения выделения паров хлорной кислоты и еще теплым переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 5 см³ раствора борофтористоводородной кислоты (смесь HI) и перемешивают. После этого сразу добавляют 25 см³ свежеприготовленного раствора тиомочевины, охлаждают до комнатной температуры, доводят до метки водой, перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре при длине волны 440 нм в кювете с толщиной слоя 5 см.

В качестве раствора сравнения применяют раствор контрольного опыта.

При измерении оптической плотности температура растворов не должна изменяться больше чем на ±1°С.

Одновременно через весь ход анализа проводят контрольный опыт. Содержание висмута находят по градуировочному графику, учитывая поправку на реактивы.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Построение градуировочного графика

В стаканы вместимостью 100 см³ помещают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 7,0; 9,0; 11,0 см³ стандартного раствора висмута, прибавляют по 12 см³ смеси хлорной и фосфорной кислот (смесь II), нагревают до появления густых белых паров хлорной кислоты и далее анализ проводят как указано в п. 3.1.

По найденным значениям оптических плотностей растворов и соответствующим им содержаниям висмута строят градуировочный график, учитывая поправку на реактивы.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Содержание висмута (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \cdot 100}{m_1},$$

где m — масса висмута, найденная по градуировочному графику, г;

m_1 — масса навески, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов трех параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать значений, указанных в таблице.

Содержание висмута, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %	Содержание висмута, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,002 до 0,005	0,001	Св. 0,03 до 0,05	0,01
Св. 0,005 » 0,01	0,002	» 0,05 » 0,1	0,02
» 0,01 » 0,03	0,005	» 0,1 » 0,2	0,03

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Изменение № 2 ГОСТ 1429.5—77 Припои оловянно-свинцовые. Методы определения содержания висмута

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 30.06.87 № 3015

Дата введения 01.02.88

Наименование стандарта. Исключить слово: **«содержания»**; «content».

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить слова: «содержание» на «массовая доля» (кроме пп. 3.1 (последний абзац), 3.2); «%-ный раствор» на «раствор с массовой долей %».

Пункт 4.2. Заменить слова: «результатов трех параллельных определений» на «результатов анализа».

(ИУС № 11 1987 г.)

gost.e-ecolog.ru